I n s t r u k c j a

pracy przy badaniach nad otrzymywaniem tlenku żelaza o specjalnej czystości.

Wstęp

Badania nad otrzymywaniem tlenku żelaza o specjalnej czystości przeprowadza się w pomieszczeniu dawnego laboratorium chlorowcowania a niektóre operacje także na hali Doświadczalnej Wytwórni Związków Ziem Rzadkich .
Proces otrzymywania tlenku żelaza można podzielić na następujące operacje:

1 – wytrącanie $Fe(OH)_2$
2 – utlenianie powietrzem
3 – filtracja otrzymanego wodorotlenku
4 – repulpacja z NaOH
5 – filtracja i przemywanie do zaniku reakcji płomieniowej na jony Na
6 – suszenie
7 – prażenie

Ponieważ celem badań jest otrzymanie produktu odpowiadającego przyjętej normie, parametry wymienionych powyżej operacji są zmienne i podawane przez kierującego zespołem badawczym.

Aparatura

Badania nad otrzymywaniem Fe_2O_3 przeprowadza się w skali laboratoryjnej jak i wielkolaboratoryjnej.
W skali laboratoryjnej używa się typowego sprzętu stosowanego w laboratorium chemicznym jak zlewki, mieszadła, lejki filtracyjne, suszarki itp.
Fe_2O_3 w skali wielkolaboratoryjnej otrzymuje się w reaktorze szklanym o pojemności 20 l. Reaktor ten podgrzewany jest wężownicą, która połączona jest z termostatem. W ten sposób utrzymuje się w reaktorze odpowiednią dla danych parametrów temp. procesu.

Do napowietrzania roztworu znajdującego się w reaktorze służy bełkotka połączona z kompresorem poprzez rotametr pomiarowy.
Mieszadło łopatkowe utrzymuje jednorodne ~~xxxxxx~~ warunki reakcji w całej masie roztworu.

Opis czynności przy otrzymywaniu Fe_2O_3

1. Wytrącanie $Fe/OH/_2$

   Wytrącanie $Fe/OH/_2$ przeprowadza się za pomocą stałego węglanu sodu. W tym celu do przygotowanego uprzednio o określonym stężeniu roztworu $FeSO_4$, który znajduje się w szklanym reaktorze wsypuje się określoną ilość Na_2CO_3 w postaci stałej i włącza mieszadło. Po zakończeniu procesu pobiera się próbkę roztworu i mierzy pH. Jeżeli pH roztworu jest niższe od 6,5 dosypuje się Na_2CO_3 i ponownie prowadzi wytrącanie $Fe/OH/_2$.
   Proces uznajemy za zakończony jeżeli dwa kolejne pomiary pH roztworu nie są niższe od 6,5.

2. Utlenianie

   Utlenianie prowadzi się powietrzem otrzymywanym z kompresora bezolejowego produkcji RFN.
   Ilość doprowadzanego do bełkotki powietrza reguluje się na rotametrze pomiarowym. Utlenianie prowadzi się do momentu kiedy kropla pobranego roztworu nie odbarwia kropli 0,01 n roztworu $KMnO_4$.

3. Filtracja

   Po utlenieniu roztworu wraz z wytrąconym wodorotlenkiem żelaza w postaci pulpy dolnym króćcem spuszcza się do polietylenowych wiader i przenosi na ~~xxxx~~ halę Doświadczalnej Wytwórni Zwwiązków Ziem Rzadkich gdzie znajduje się wydzielone stanowisko filtracji. Filtrację przeprowadza się na nuczy filtracyjnej, w której prócz normalnej tkaniny filtracyjnej stosuje się dodatkowo bibułę.

4. Repulpacja z NaOH

Do repulpacji stosuje się ok. 2% roztwór ługu sodowego. Odfiltrowany osad $Fe(OH)_3$ przenosi się do reaktora z 2% uprzednio przygotowanym roztworem NaOH w ilości równej objętości roztworu do utleniania i w ciągu 1 godz. intensywnie miesza. Repulpację przeprowadza się w temp. pokojowej.

5. Filtracja po repulpacji

Filtrację po repulpacji przeprowadza się analogicznie jak w p.3.

6. Przemywwanie

Przemywanie ma na celu odmycie $Fe(OH)_3$ od wszelkich zanieczyszczeń zasorbowanych na wodorotlenku. Przeprowadza się kilkakrotnie aż do zaniku w przesączu reakcji na jony Na. Przemywanie prowadzi się wwtemp. pokojowej wodą demineralizowaną, stosując przy każdym myciu repulpację z filtracją.

7. Suszenie

Suszenie odmytego produktu wykonuje się w temp. 105–115°C w czasie 20 h.

8. Prażenie

Prażenie prowadzimy w temp. 700°C. Czas prażenia podawany jest każdorazowo przez kier. tematu.

Odczynniki i substancje chemiczne stosowane w procesie

$FeSO_4 \cdot 7H_2O$ – siarczan żelazawy, substancja krystaliczna w postaci zielonkawych kryształów,

Na_2CO_3 – węglan sodu, biała bezpostaciowa substancja,

NaOH – ług sodowy, białe granulki o silnie żrących własnościach

H_2SO_4 – kwas siarkowy, gęsta oleista ciecz o silnie parzących własnościach

NH_4OH – woda amoniakalna, bezbarwna ciecz lżejsza od wody o drażniących własnościach szczególnie górnych dróg oddechowych i spojówek ocznych.

Obowiązujące środki ostrożności przy stosowaniu w/w substancji chemicznych

Siarczan żelazawy jak również węglan sodu są substancjami chemicznie obojętnymi i nie stanowią szczególnego zagrożenia przy operowaniu roztworami przygotowanymi z nich.
Kwas siarkowy w procesie jest dodawany w minimalnej ilości do stabilizacji pH roztworu siraczanu żelazawego. Przy dodawaniu więc kwasu siarkowego do roztworu obowiązują więc przepisy bezpieczeństwa stosowane przy posługiwaniu się kwasami.
To samo dotyczy ługu sodowego z którego przygotowuje się 2% roztwór do repulpacji.
Woda amoniakalna stosowwana jest również do wytrącania $Fe(OH)_2$ zamiast Na_2CO_3. Jest to substancja silnie drażniąca, należy posługiwać się nią ostrożnie, a w szczególnych przypadkach stosować maskę ochronną.

Uwagi końcowwe

Jak widać z powyższego opisu otrzymywania tlenku żelaza o specjalnej czystości nie jest procesem, który stwarzał by szczególne zagrożenie dla zdrowia i życia ludzkiego.
Substancje, które stosujemy w dużych ilościach nie są toksyczne, natomiast substancje żrące są dodawane w niewielkich ilościach i w postaci bardzo rozcieńczonych roztworów. Mimo to jak przy pracy z każdą substancją chemiczną również i w pracach nad otrzymywaniem tlenku żelaza należy zachować należytą ostrożność i stosować sprzęt ochronny osobisty, który powinien znajdować się przy stanowisku pracy.

Opracował: Zatwierdził: